СОЮЗ СОВЕТСКИХ СОЦИАЛИСТИЧЕСКИХ РЕСПУБЛИК

(19) SU (11) 1553530 A1

(51)5 C 07 D 213/81, A 01 N 43/40

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ ПО ИЗОБРЕТЕНИЯМ И ОТКРЫТИЯМ ПРИ ГКНТ СССР

ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ

К АВТОРСКОМУ СВИДЕТЕЛЬСТВУ

(21) 4376777/31-04
(22) 10.02.88
(46) 30.03.90. Бюл. № 12
(71) Институт химических наук АН КазССР
(72) Б.В. Суворов, В.А. Сераэетдинова и С.Б. Бакирова
(53) 547.826.07 (088.8)
(56) Хим. фарм. журн., 1973, т. 7, № 7, с. 45-47.

(54) СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ ПИРИДИН-2-КАРБОКСАМИДА

(57) Изобретение касается гетероциклических веществ, в частности получения пиридин-2-карбоксамида - регулятора роста растений, применяемого в сельском хозяйстве. Цель изобретения - повышение производительности и упрощение процесса. Последний ведут гидролизом 2-цианопиридина в присутствии NaOH и воды при молярном соотношении 1:(0,03-0,2):(4-10), лучше 1:(0,05-0,15):(5-10) и 100-130°С в течение 5-20 мин. Эти условия позволяют получать целевой продукт с выходом до 100% и производительностью 1,2-9,0 кг/л воды·ч, что в 600-900 раз выше, чем в известном случае. 1 з.п. ф-лы.

Изобретение относится к усовершенствованному способу получения пиридин-2-карбоксамида, который используется в качестве регулятора роста растений.

Целью изобретения является упрощение процесса, повышение его производительности и увеличение выхода целевого продукта за счет проведения гидролиза 2-цианопиридина водной щелочью при молярном соотношении нитрил:едкий натр:вода, равном 1:(0,03-0,2):(4-10) и температуре 100-130°С в течение 5-20 мин.

Пример 1. 1 г (0,0096 моль) 2-цианпиридина, 0,0192 г (0,00048 моль) едкого натра и 1,04 г (0,0577 моль) воды (молярное соотношение нитрил:щелочь:вода = 1:0,05:6) помещают в автоклав из нержавеющей стали и нагревают при 120°С в течение 10 мин. Согласно полярографическому анализу гидролизат содержит 1,1730 г (0,0096 моль) пиридин-2-карбоксамида (пиколинамида). Выход 100% в расчете на взятый нитрил.

Полученный твердый осадок отфильтровывают, промывают водой. Получено 1,085 г (0,0088 моль). Т.пл. 105-107°С. Выход выделенного пиколинамида 92,5% от теории на исходный 2-цианпиридин. Производительность процесса 6,8 кг/л H_2O·ч.

Пример 2. Способ осуществляют по примеру 1. 1 г (0,0096 моль) 2-цианпиридина, 0,0192 г (0,00048 моль) едкого натра, 0,87 г (0,0480 моль) воды (молярное соотношение нитрил:едкий натр:вода = 1:0,05:5) нагревают 9 мин при 120°С. Получают 1,1707 г (0,0092 моль) пиколинамида, выход

99,8%. Производительность процесса 9,0 кг/л H_2O·ч.

Пример 3. Способ осуществляют по примеру 1. 1 г (0,0096 моль) 2-цианпиридина, 0,0115 г (0,00028 моль) едкого натра, 1,04 г (0,0577 моль) воды (молярное соотношение нитрил:едкий натр:вода = 1:0,03:6,0) нагревают 10 мин при 120°С. Получают 0,9023 г (0,0074 моль) пиколинамида, выход 80,0%. Производительность процесса 5,4 кг/л H_2O·ч.

Пример 4. Способ осуществляют по примеру 1. 2 г (0,0192 моль) 2-цианпиридина, 0,076 г (0,00192 моль) едкого натра, 2,08 г (0,1154 моль) воды (молярное соотношение нитрил:едкий натр:вода = 1:0,1:6,0) нагревают 10 мин при 120°С. Получают 2,3156 г (0,01898 моль) пиколинамида, выход 98,7%. Производительность процесса 6,7 кг/л H_2O·ч.

Пример 5. Способ осуществляют по примеру 1. 1 г (0,0096 моль) 2-цианпиридина, 0,0577 г (0,00144 моль) едкого натра, 1,04 г (0,0577 моль) воды (молярное соотношение нитрил:едкий натр:вода = 1:0,15:6,0) нагревают 10 мин при 120°С. Получают 1,0416 г (0,0085 моль) пиколинамида выход 88,8%, Производительность процесса 6,0 кг/л H_2O·ч.

Пример 6. Способ осуществляют по примеру 2. 1 г (0,0096 моль) 2-цианпиридина, 0,0769 г (0,00192 моль) едкого натра, 1,04 г (0,00577 моль) воды (молярное соотношение нитрил:щелочь:вода = 1:0,2:6,0) нагревают 10 мин при 120°С. Получают 0,9126 г (0,0075 моль) пиколинамида, выход 77,8%. Производительность процесса 3,0 кг/л H_2O·ч.

Пример 7. Способ осуществляют по примеру 1. 1 г (0,0096 моль) 2-цианпиридина, 0,0192 г (0,00048 моль) едкого натра, 0,070 г (0,038 моль) воды (молярное соотношение нитрил:щелочь:вода = 1:0,05:4) нагревают 10 мин при 120°С. Получают 0,9701 г (0,0079 моль) пиколинамида, выход 82,7%. Производительность процесса 8,4 кг/л H_2O·ч.

Пример 8. Способ осуществляют по примеру 1. 1 г (0,0096 моль) 2-цианпиридина, 0,0192 г (0,00048 моль) едкого натра, 1,4 г (0,0769 моль) воды (молярное соотношение нитрил:щелочь:вода = 1:0,05:8) нагревают 10 мин при 120°С. Получают 1,1730 г (0,0096 моль) пиколинамида, выход 100%. Производительность процесса 5,1 кг/л H_2O·ч.

Пример 9. Способ осуществляют по примеру 1. 1 г (0,0096 моль) 2-цианпиридина, 0,0192 г (0,00048 моль) едкого натра, 1,73 г (0,0961 моль) воды (молярное соотношение нитрил:щелочь:вода = 1:0,05:10) нагревают 10 мин при 120°С. Получают 1,1707 г (0,0096 моль) пиколинамида, выход 99,8%. Производительность процесса 4,1 кг/л H_2O·ч.

Пример 10. Способ осуществляют по примеру 1. 1 г (0,0096 моль) 2-цианпиридина, 0,0192 г (0,00048 моль) едкого натра, 1,04 г (0,0577 моль) воды (молярное соотношение нитрил:щелочь:вода = 1:0,05:6) нагревают 5 мин при 120°С. Получают 1,0065 г (0,0082 моль) пиколинамида, выход 85,8%. Производительность 1,2 кг/л H_2O·ч.

Пример 11. Способ осуществляют по примеру 1. 1 г (0,0096 моль) 2-цианпиридина, 0,0192 г (0,00048 моль) едкого натра, 1,04 г (0,0577 моль) воды (молярное соотношение нитрил:щелочь:вода равно 1:0,05:6) нагревают 15 мин при 120°С. Получают 1,1730 г (0,0096 моль) пиколинамида, выход 100%. Производительность процесса 4,5 кг/л H_2O·ч.

Пример 12. Способ осуществляют по примеру 1. 1 г (0,0096 моль) 2-цианпиридина, 0,0192 г (0,00048 моль) едкого натра, 1,04 г (0,0577 моль) воды (молярное соотношение нитрил:щелочь:вода = 1:0,05:6) нагревают 20 мин при 120°С. Получают 1,1730 г (0,0096 моль) пиколинамида, выход 100%. Производительность процесса 3,4 кг/л H_2O·ч.

Пример 13. Способ осуществляют по примеру 1. 1 г (0,0096 моль) 2-цианпиридина, 0,0192 г (0,00048 моль) едкого натра, 1,04 г (0,0577 моль) воды (молярное соотношение нитрил:едкий натр:вода = 1:0,05:5) нагревают 10 мин при 110°С. Получают 1,1038 г (0,0090 моль) пиколинамида, выход 94,1%. Производительность процесса 6,4 кг/л H_2O·ч.

Пример 14. Способ осуществляют по примеру 1. 1 г (0,0096 моль) 2-цианпиридина, 0,0192 г (0,00048 моль) едкого натра, 1,04 г (0,0577 моль)

воды (молярное соотношение нитрил:щелочь:вода = 1:0,05:6) нагревают 10 мин при 130°С. Получают 1,1672 г (0,0095 моль) пиколинамида, выход 99,5%. Производительность процесса 6,7 кг/л H_2O·ч.

Таким образом, способ позволяет получать пиридин-2-карбоксамид с выходом до 100% при производительности 1,2-9,0 кг целевого продукта на 1 л воды в час, что в 600-900 раз выше, чем в способе-прототипе.

Формула изобретения

1. Способ получения пиридин-2-карбоксамида гидролизом 2-цианопиридинов водным раствором щелочи при нагревании, отличающийся тем, что, с целью упрощения процесса и повышения его производительности, гидролиз ведут в стальном автоклаве при молярном соотношении нитрил:едкий натр:вода, равном 1:(0,03-0,2):(4-10) и температуре 100-130°С в течение 5-20 мин.

2. Способ по п. 1, отличающийся тем, что, с целью повышения выхода целевого продукта, процесс ведут при молярном соотношении реагентов, равном 1:(0,05-0,15):(5-10) в течение 10-20 мин.

Составитель Н. Банникова
Редактор Т. Лазоренко Техред А.Кравчку Корректор В. Гирняк

Заказ 435 Тираж 324 Подписное
ВНИИПИ Государственного комитета по изобретениям и открытиям при ГКНТ СССР
113035, Москва, Ж-35, Раушская наб., д. 4/5

Производственно-издательский комбинат "Патент", г.Ужгород, ул. Гагарина,101